

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-40363

⑬ Int. Cl.⁴ 識別記号 庁内整理番号 ⑭ 公開 昭和62年(1987)2月21日
 C 23 C 14/14 7537-4K
 C 22 C 19/03 7518-4K
 // C 22 C 30/00 6411-4K
 // C 22 C 38/08 7217-4K 審査請求 未請求 発明の数 2 (全6頁)

⑮ 発明の名称 雰囲気変動に対する薄膜磁気特性の安定度の高いターゲット材

⑯ 特 願 昭60-178007

⑰ 出 願 昭60(1985)8月13日

⑱ 発 明 者 鈴木 喜久男 吹田市南吹田2-19-1 住友特殊金属株式会社吹田製作所内

⑲ 発 明 者 野 瀬 正 照 吹田市南吹田2-19-1 住友特殊金属株式会社吹田製作所内

⑳ 発 明 者 村 田 明 夫 大阪府三島郡島本町江川2-15-17 住友特殊金属株式会社山崎製作所内

㉑ 出 願 人 住友特殊金属株式会社 大阪市東区北浜5丁目22番地

㉒ 代 理 人 弁理士 押田 良久

明 細 書

1. 発明の名称

雰囲気変動に対する薄膜磁気特性の安定度の高いターゲット材

2. 特許請求の範囲

1

Ni40原子%～90原子%、Fe10原子%～50原子%を主成分とし、Mn、Cr、V、Nb、Ta、Ti、Zr、Hf、Si、Al、Geのうち少なくとも1種を0.5原子%～15原子%含有したことを特徴とするスパッタ雰囲気変動に対する薄膜磁気特性の安定度の高いターゲット材。

2

Ni40原子%～90原子%、Fe10原子%～50原子%の主成分と、副成分としてMo、W、Co、Cuのうち少なくとも1種を15原子%以下含有し、さらにMn、Cr、V、Nb、Ta、Ti、Zr、Hf、Si、Al、Geのうち少なくとも1種を0.5原子%～15原子%含有したことを特徴とするスパッタ雰囲気変動に対する薄膜磁気特性の安定度の高いターゲット材。

3. 発明の詳細な説明

利用産業分野

この発明は、薄膜ヘッド等に使用されるFe-Ni系軟磁性薄膜用の対雰囲気変動高安定型ターゲット材に係り、スパッタ薄膜の被着形成時の雰囲気に対して極めて高い安定性を有し、形成後のスパッタ薄膜の軟磁気特性のばらつきがなく、すぐれた軟磁気特性を発現するスパッタ雰囲気変動に対する安定度の極めて高いターゲット材に関する。

背景技術

Fe-Ni系軟磁性薄膜、例えば、約80%Ni-Feを主成分とするパーマロイからなる軟磁性薄膜は、垂直磁気記録媒体の裏打ち層や磁気記録用薄膜ヘッドのコアやヨーク等に用いられており、Moを含むMoパーマロイあるいはMo及びCuを含むMo-Cuパーマロイが多用されている。

この薄膜の形成方法には、通常、スパッタ法が多用されている。このスパッタ法は、下地材料の陽極と所要組成のパーマロイ薄膜と同材質のターゲット材の陰極間に電圧を印加し、陽イオンによ

ってターゲット表面原子をたたき出し、下地材料や所要表面に被着させてパーマロイ薄膜を形成する方法である。

いずれの組成のパーマロイ薄膜も、薄膜形成時のスパッタ雰囲気条件に極めて敏感であり、すぐれた軟磁性を有する薄膜を得るには、薄膜形成時のスパッタ雰囲気条件を厳しく管理する必要がある、到達真空度は、 2×10^{-6} Torr以下、望ましくは 1×10^{-6} Torr以下の高真空度を保持する必要がある。

高真空度を保持するために、真空槽内壁に付着したガス、水分等を放出する目的で、内壁を加熱したり、あるいは前スパッタと称し、目的の基板に薄膜を形成する以前に、シャッター等の他の目標物に薄膜を付着させる操作を長時間行なう必要があった。

しかしながら、上記のように極めて厳格に雰囲気管理を行なっても、作業時の外気湿度に影響されたり、極僅かなリークが発生しても、該パーマロイ薄膜の磁気特性が著しく劣化したり、作業条

件毎に特性のばらつきが発生する問題があった。

また、長尺のフィルム等に、連続的にパーマロイ薄膜を形成する場合には、得られる磁気特性の時間依存性が大きく、長時間連続して薄膜形成しても、一定の特性値になかなか収束し難いという問題があった。

一方、パーマロイ薄膜を得るためのターゲット材は、これまで主にスパッタ能率の改善のため、冷却効率を向上させたり、材料の利用効率を向上させる目的の改良が加えられてきたが、スパッタ雰囲気の変動等に対する安定度を考慮したターゲット材は提案されていない。

また、特公昭47-290690号公報には、高硬度を目的にNi-Fe合金にNbを添加した高透磁率高硬度の磁気録音及び再生ヘッド用磁性合金が提案されているが、上記の磁性合金を始め、前述の公知の薄膜及びターゲット材は、スパッタ雰囲気の変動や圧下と、形成されたスパッタ薄膜の磁気特性の安定化とを、共に考慮したものではなく、いずれも上述の問題点を解決できず、得られた薄膜の軟

磁気特性を安定して得るには、極めて厳格な薄膜形成時の雰囲気管理を必要とした。

発明の目的

この発明は、比較的低い到達真空度あるいは短時間の前スパッタ等の前処理操作しか行なわない雰囲気条件下でも、すぐれた特性の軟磁性薄膜が得られるスパッタリング用ターゲット材を目的とし、特に、該雰囲気条件の極僅かな変動に対しても、磁気特性の大幅な劣化や大きなばらつきを発生する従来のターゲット材の欠点を解決し、すぐれた軟磁気特性を発現する薄膜を安定して得られる対雰囲気変動高安定型の軟磁性薄膜用ターゲット材を目的としている。

発明の構成と効果

この発明は、すぐれた軟磁気特性が安定して得られる軟磁性薄膜用ターゲット材を目的に種々検討した結果、NiおよびFeを主成分とするいわゆるパーマロイ成分組成に、Mn, Cr, V, Nb, Ta, Ti, Zr, Hf, Si, Al, Geのいずれか1種または2種以上を特定量含有させることにより、スパッタリン

グ雰囲気条件の変化あるいは比較的悪条件においても左右されることなく、著しく高い安定性を有し、かつすぐれた軟磁気特性を有する軟磁性薄膜が得られることを知見し完成したものである。

すなわち、この発明は、Ni40原子%~90原子%、Fe10原子%~50原子%を主成分とし、Mn, Cr, V, Nb, Ta, Ti, Zr, Hf, Si, Al, Geのうち少なくとも1種を0.5原子%~15原子%含有したことを特徴とするスパッタ雰囲気変動に対する薄膜磁気特性の安定度の高いターゲット材を要旨とする。

また、この発明は、Ni40原子%~90原子%、Fe10原子%~50原子%の主成分と、副成分としてHf, W, Co, Cuのうち少なくとも1種を15原子%以下含有し、さらにMn, Cr, V, Nb, Ta, Ti, Zr, Hf, Si, Al, Geのうち少なくとも1種を0.5原子%~15原子%含有したことを特徴とするスパッタ雰囲気変動に対する薄膜磁気特性の安定度の高いターゲット材である。

この発明による軟磁性薄膜用ターゲット材は、その固有の組成に特徴を有し、特定組成であれば、

下記する効果を有する。すなわち、実施例に明らかなように、得られた薄膜は従来のパーマロイ、Hoパーマロイに比べ、すぐれた磁気特性を有し、さらに、スパッタ時の雰囲気条件に鈍感であり、より低い真空度より短い前スパッタ時間であっても、得られる軟磁性薄膜の保磁力、透磁率等の磁気特性の劣化が少なく、スパッタ時の雰囲気に對して極めて高い安定性を有しており、得られた薄膜は薄膜形成後の熱処理を得たのちでも同様である。また、極めて厳格なスパッタ時の雰囲気管理を行なった場合は、よりすぐれた磁気特性が安定して得られる事は言うまでもないことである。

従って、工業的量産規模において、スパッタ時の雰囲気管理が容易になり、長時間操作や例えばフィルム等に連続スパッタする場合のロット内あるいはロット間の雰囲気条件の変化に対しても、磁気特性のばらつきの少ない薄膜が安価に得られる効果を有する。

この発明において、ターゲット材は、予め所要組成に合金化したものを用いるが、合金化が困難

であったり、圧延が困難で所要形状に形成できない場合には、2元系あるいは副成分を含有するパーマロイ合金ターゲット上に、前記添加元素の金属または合金チップを載置あるいは埋め込む等の手段を施した実施例のごとき複合ターゲット材とするのもよい。

さらに、得られたこの発明によるターゲット材によって得られた軟磁性薄膜は、通常のパーマロイ薄膜と同様に熱処理によって、磁気特性の向上を計ることができ、600℃以下の温度で保持または徐冷する場合は、 Ni_3Fe の規則格子の生成を抑制できる遷移元素が含まれていることが望ましい。

発明の限定理由

この発明の軟磁性薄膜用ターゲット材は、Ni及びFeを主成分とし、Mn, Cr, V, Nb, Ta, Ti, Zr, Hf, Si, Al, Geのうち少なくとも1種を0.5原子%～15原子%含有させることを特徴とし、工業的

を有する。この効果が得られる機構については、不明な点が多いが、およそ以下の如く考えられる。

一般に、スパッタ時の雰囲気中に含まれる酸素または水から分解された酸素が、膜内に入り込みパーマロイの磁気特性を劣化させていることは知られている。この酸素がどのような形で膜内に存在するのかは明らかにされていないが、この発明の薄膜では、Ni及びFeよりも酸素との親和力の大きい上記の添加元素の存在により、膜内に含まれる酸素が、Ni及びFeに直接影響を及ぼすことなく、本来のパーマロイ薄膜の磁気特性を発現させるものと考えられる。

しかし、2元パーマロイあるいは副成分としてHo, W, Co, Cu等のNi及びFeと比較して、高温での酸素との親和力に差が少ないかあるいは逆に親和力の低い元素しか含まない従来のターゲット材は、上記の酸素の影響を受けやすく、雰囲気の僅かな悪化に対しても、敏感に反応し、磁気特性の劣化が起るものと考えられる。

従って、この発明において、上記元素の効果を

得るためには、Mn, Cr, V, Nb, Ta, Ti, Zr, Hf, Si, Al, Geのうち少なくとも1種を0.5原子%以上含有させる必要があり、望ましくは、2原子%以上、さらに望ましくは4原子%以上の含有がよい。しかし、上記元素を15原子%を越えて含有させると、飽和磁束密度が著しく低下するため好ましくなく、15原子%以下の含有、望ましくは12原子%以下、さらに望ましくは10原子%以下の含有がよい。また、含有量は、飽和磁束密度や所望磁気特性の薄膜形成雰囲気に対する安定性などを考慮して適宜選定するとよい。

上記添加元素は、パーマロイ基本成分であるNi及びFeが、Ni40原子%～90原子%、Fe10原子%～50原子%の範囲の薄膜において効果を発揮するが、副成分としてHo, W, Co, Cuのいずれかを含有する薄膜においても、上述の如く同効果を発揮する。

この発明によるターゲット材で得られる軟磁性薄膜の磁気特性は、保磁力100e以下、である。

実施例

実施例1

薄膜形成のため、下記の3種類のターゲットを用意した。以下組成はwt%で示す。

- (1) 79.7Ni-5Mo-Fe (直径 100mm, 厚み 3.5mm)
 (2) 第1図に示す如く、(1)と同じ79.7Ni-5Mo-Feターゲット材(10)上にSiチップ(11) (厚み 0.6mm × 5mm × 5mm)を放射状に9枚配置した複合ターゲット
 (3) 79.9Ni-4.9Nb-2.1Si-Fe (直径 100mm, 厚み 3.5mm)

上記ターゲット材の(1)は従来組成の比較用であり、(2)(3)のターゲット材がこの発明によるものである。

スパッタ装置には、RFマグネトロンスパッタ装置を用い、基板には、室温付近での熱膨張係数が $98 \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ 、厚み 0.9mm × 25mm × 25mm寸法のガラスを用い、基板ホルダーを水冷して、基板の最高温度をいずれのスパッタの場合も50℃～55℃に保持した。

スパッタ条件は、高真空度(A)と低真空度(B)の2通り下記第1表の条件で行ない、得ら

れた各種の薄膜の容易磁化軸の保磁力をBHトレースを用いて調べ第1表の結果を得た。

第1表

	(A)	(B)
到達真空度 (Torr)	1×10^{-6}	4×10^{-6}
前スパッタ中のAr圧力	5×10^{-3}	5×10^{-3}
前スパッタの出力	500W	500W
前スパッタ時間	50分	40分
本スパッタ中のAr圧力	3×10^{-3}	3×10^{-3}
本スパッタの出力	1000W	1000W
本スパッタ時間	50分	40分
膜厚	$\approx 1.0 \mu\text{m}$	$\approx 1.0 \mu\text{m}$

以下余白

第2表

	保磁力
a 79.7Ni-5Mo-Fe 79.8Ni-6.2Mo-Fe	0.90a
b 79.7Ni-5Mo-Fe 80.7Ni-6.0Mo-Fe	120a
c 複合ターゲット 79.0Ni-5.5Mo-1.8Si-Fe	0.80a
d 複合ターゲット 78.1Ni-5.3Mo-3.0Si-Fe	20a
e 79.9Ni-4.9Nb-2.1Si-Fe 79.2Ni-5.5Nb-2.3Si-Fe	0.30a
f 79.9Ni-4.9Nb-2.1Si-Fe 79.4Ni-5.2Nb-2.2Si-Fe	0.30a

第2表において、のa, c, eが高真空度(A)の場合で、b, d, fが低真空度(B)の場合であり、a, bが(1)のターゲット材による比較例薄膜で、c, dが(2)の複合ターゲット材によるこの発明薄膜、e, fが(3)のターゲット材によるこの

発明薄膜の場合である。

第2表において、a～fに2段併記する組成式は、上段がターゲット材で、下段が薄膜組成である。薄膜組成は、X線マイクロアナライザーで調べたもので、±0.5%程度の誤差が見込まれるため、同一ターゲット材で形成された薄膜間に成分組成の大きなずれはないものと判断される。

比較例薄膜は、薄膜形成条件が高真空のaの場合と低真空bの場合では、磁気特性に著しい差があり、aでは保磁力が0.90a程度であったのが、bでは120aと13倍以上の保磁力の増加を示しており、薄膜形成時の雰囲気の僅かな悪化が磁気特性に著しい劣化をもたらしていることが分る。

これに対して、この発明による薄膜の場合は、薄膜形成条件が高真空と低真空との間には、比較例よりはるかに少ない差しかない。すなわち、cとdとの比較では、cの保磁力0.80aからdの20aの僅か2.5倍程度の増加でしかなく、さらに、eとfとでは、薄膜形成雰囲気の悪化に関わらず、両者の保磁力にほとんど差がなく、いずれも0.3

0eであった。

第1表から明らかなように、SiあるいはNb及びSiを含有するこの発明のパーマロイ薄膜用ターゲット材は、従来のMoパーマロイ薄膜用ターゲット材に比べて、スパッタ時の雰囲気条件に鈍感であり、より低い真空度やより短いスパッタ時間であっても、得られる軟磁性薄膜の保磁力、透磁率等の磁気特性の劣化が少なく、スパッタ時の雰囲気に対して極めて高い安定性を有していることが分る。

実施例2

79Ni-4.5Nb-Fe、

79Ni-7Nb-Fe、

79.7Ni-5Mo-Feの3種の合金ターゲット材を用いて、実施例1と同一のスパッタ装置を使用し、第1表と同様条件でスパッタして、この発明による4種の薄膜と従来のMoパーマロイ薄膜を作製した。

得られた薄膜の成分組成をX線マイクロアナライザーで測定し、容易磁化軸の保磁力をBHトレ

ーサーを用いて測定し、さらに困難磁化軸の透磁率を8字コイルを用いて測定し、到達真空度と前スパッタ時間のスパッタ条件とともに第3表に示す。なお、透磁率は最高値で示している。

第3表にから明らかな如く、約6%Nbを含有するこの発明ターゲット材による薄膜は、到達真空度が、 5×10^{-6} Torr程度の悪い雰囲気で作製されても、 1×10^{-6} Torr真空の場合と比較して、保磁力、透磁率の劣化がほとんどない。

また、約8%Nbを含有するこの発明ターゲット材による薄膜は、到達真空度が、 5.3×10^{-6} Torr程度の悪い雰囲気であつ前スパッタ時間を半分の25分にして作製しても、比較例よりもすぐれた磁気特性を有していることが分る。

したがって、この発明ターゲット材による薄膜は、従来ターゲット材による薄膜と比較して、すぐれた磁気特性を有するとともに、薄膜形成雰囲気条件が広範囲に変化しても、上記のすぐれた特性が安定して得られることが明らかである。

実施例3

実施例1で得られた第2表に示すa, b, c, dの薄膜を用いて、 1×10^{-4} Torrの真空中にて、 $500^\circ\text{C} \times 1$ 時間の加熱を行ない、その後徐冷する加熱処理を施し、困難磁化軸の透磁率(10 MHz)を8字コイルを用いて測定した。第4表に測定結果(最高値)を示す。

比較例のMoパーマロイ薄膜の場合、低真空の悪い雰囲気条件で作製した薄膜bの透磁率は、高真空度で作製した薄膜aの透磁率の1/6でしかない。

しかし、この発明によるSiを含有したターゲット材より得られた薄膜では、雰囲気条件の悪い場合の薄膜dは、高真空のよい雰囲気条件で作製した薄膜cの約1/2もの透磁率を示し、熱処理後の特性においても、スパッタ時の雰囲気条件の影響を受け難いことが明らかである。

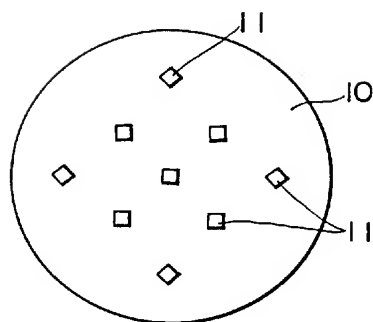
第3表

ターゲット組成 /スパッタ薄膜組成	到達真空度 (Torr)	前スパッタ 時間 (分)	容易磁化軸 の保磁力 (Oe)	困難磁化軸 の透磁率 (10MHz)
79Ni-4.5Nb-Fe 79.5Ni-5.9Nb-Fe	1×10^{-6}	50	0.4~0.5	1182
79Ni-4.5Nb-Fe 79.6Ni-5.8Nb-Fe	5.7×10^{-6}	50	0.5~0.6	1018
79Ni-7Nb-Fe 78.9Ni-8Nb-Fe	1.6×10^{-6}	50	0.2~0.3	1217
79Ni-7Nb-Fe 79.2Ni-7.9Nb-Fe	5.3×10^{-6}	25	1.2~2.2	835
79.7Ni-5Mo-Fe 79.8Ni-6.2Mo-Fe	1×10^{-6}	50	0.7~0.9	1065
79.7Ni-5Mo-Fe 80.0Ni-6.0Mo-Fe	5.3×10^{-6}	50	3.9~8.5	560

第 4 表

		透磁率
到達真空度	1×10^{-6} Torr	
a	79.8Ni - 6.2Mo - Fe	4087
到達真空度	5×10^{-6} Torr	
b	80.7Ni - 6.0Mo - Fe	688
到達真空度	1×10^{-6} Torr	
c	79.0Ni - 5.5Mo - 1.8Si - Fe	4243
到達真空度	5×10^{-6} Torr	
d	78.1Ni - 5.3Mo - 3.0Si - Fe	2216

第 1 図



4. 図面の簡単な説明

第 1 図は、実施例 1 における複合ターゲット材の説明図である。

10…79.7Ni - 5Mo - Feターゲット材、11…Siチップ。

出願人 住友特殊金属株式会社

代理人 押 田 良 久



PAT-NO: JP362040363A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 62040363 A
TITLE: TARGET MEMBER HAVING
EXCELLENT STABILITY OF THIN
MAGNETIC CHARACTERISTIC
AGAINST CHANGE OF ATMOSPHERE
PUBN-DATE: February 21, 1987

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
SUZUKI, KIKUO	
NOSE, MASATERU	
MURATA, AKIO	

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
SUMITOMO SPECIAL METALS CO LTD	N/A

APPL-NO: JP60178007
APPL-DATE: August 13, 1985

INT-CL (IPC): C23C014/14 , C22C019/03 ,
C22C030/00 , C22C038/08

ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain a material for a target forming a thin film whose magnetic characteristics are independent of a change of a sputtering

atmosphere by adding the specified amount of Mn, Cr, V, Nb or the like to the composition of 'Permalloy(R)' consisting essentially of specified percentages of Ni and Fe.

CONSTITUTION: 0.5~15atom% one or more among Mn, Cr, V, Nb, Ta, Ti, Zr, Hf, Si, Al and Ge are added to the composition of 'Permalloy(R)' consisting essentially of 40~90atom% Ni and 10~50atom% Fe to obtain a material for a sputtering target forming a soft magnetic thin film having superior characteristics even in an atmosphere having a relatively low degree of vacuum or in case where only short-time presputtering is carried out as pretreatment.

COPYRIGHT: (C)1987,JPO&Japio